

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-051674

(43)Date of publication of application : 19.02.2004

(51)Int.Cl.

C09D 1/00
B01D 39/00
B01D 39/20
B28B 11/04
C04B 35/66
C04B 41/87

(21)Application number : 2002-207473

(71)Applicant : NGK INSULATORS LTD

(22)Date of filing : 16.07.2002

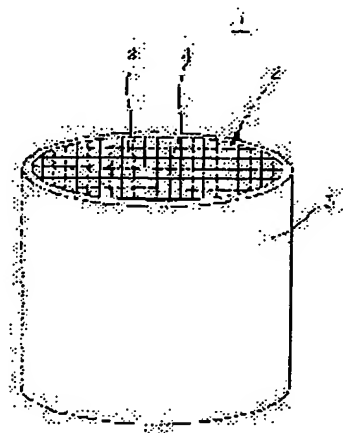
(72)Inventor : MASUKAWA SUNAO
ICHIKAWA SHUICHI

(54) COATING MATERIAL, HONEYCOMB STRUCTURE, AND PREPARATION METHOD THEREOF

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a coating material which is improved in heat resistance and chemical durability by high-temperature drying, thus being prevented from the occurrence of defects such as cracks; a honeycomb structure which has an outer wall formed from the coating material and an improved mechanical strengths against thermal stress; and a production method thereof.

SOLUTION: The honeycomb structure 1 is prepared by forming an outer wall 5 on the peripheral surface of a cell structure 2 by applying thereto a coating material containing inorganic fibers, a colloidal oxide, inorganic particles, and at most 30 wt% water, followed by drying provided that the inorganic fibers have an average axial direction length of 10-100 μm and an average radial direction length of 1-20 μm .



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision]

of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-51674

(P2004-51674A)

(43) 公開日 平成16年2月19日(2004.2.19)

(51) Int.Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
C09D 1/00	C09D 1/00	4D019
B01D 39/00	B01D 39/00	4G033
B01D 39/20	B01D 39/20	4G055
B28B 11/04	B28B 11/04	4J038
C04B 35/66	C04B 35/66	Y
審査請求 未請求 請求項の数 13 O L (全 15 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2002-207473 (P2002-207473)	(71) 出願人	000004064
(22) 出願日	平成14年7月16日 (2002. 7. 16)		日本碍子株式会社
			愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
		(74) 代理人	100088616
			弁理士 渡邊 一平
		(72) 発明者	梶川 直
			愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
			日本碍子株式会社内
		(72) 発明者	市川 周一
			愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
			日本碍子株式会社内
		F ターム (参考)	4D019 AA01 BA05 BB06 BC12 BD01
			CA01 CB06
			4G033 AA01 AA17 AB05 AB12 AB21
			AB22 BA05
			最終頁に続く

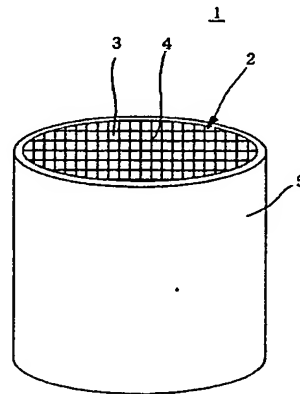
(54) 【発明の名称】 コーティング材、ハニカム構造体及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】高温乾燥することによって、耐熱性及び化学耐久性を向上させ、クラック等の欠陥の発生を防止することのできるコーティング材、また、このようなコーティング材によって形成された外壁を有し、熱応力に対する機械的強度の向上したハニカム構造体及びその製造方法を提供する。

【解決手段】外壁5が、セル構造体2の外周面に、無機繊維、コロイド状酸化物、無機粒子、及び30重量%以下の水を含んでなり、無機繊維の軸方向の長さの平均値が10～100μmであるとともに、その径方向の長さの平均値が1～20μmであるコーティング材を塗布した後、乾燥して形成されてなるものであることを特徴とするハニカム構造体1。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

無機繊維、コロイド状酸化物、無機粒子、及び30重量%以下の水を含んでなり、前記無機繊維の軸方向の長さの平均値が10～100 μ mであるとともに、その径方向の長さの平均値が1～20 μ mであることを特徴とするコーティング材。

【請求項 2】

25℃における密度が0.9～1.1g/cm³であり、その表面張力が水よりも小さい有機溶媒をさらに含んでなる請求項1に記載のコーティング材。

【請求項 3】

造孔材をさらに含んでなる請求項1又は2に記載のコーティング材。

10

【請求項 4】

隔壁によって区画された流体の流路となる複数のセルを有するセル構造体と、前記セル構造体の外周面に配設された外壁とからなる筒状のハニカム構造体であって、前記外壁が、前記セル構造体の外周面に、無機繊維、コロイド状酸化物、無機粒子、及び30重量%以下の水を含んでなり、前記無機繊維の軸方向の長さの平均値が10～100 μ mであるとともに、その径方向の長さの平均値が1～20 μ mであるコーティング材を塗布した後、乾燥して形成されてなるものであることを特徴とするハニカム構造体。

【請求項 5】

前記コーティング材が、25℃における密度が0.9～1.1g/cm³であり、その表面張力が水よりも小さい有機溶媒をさらに含んでなる請求項4に記載のハニカム構造体。

20

【請求項 6】

前記コーティング材が、造孔材をさらに含んでなる請求項4又は5に記載のハニカム構造体。

【請求項 7】

前記セル構造体が、一以上のセルを有する複数のハニカムセグメントを接合一体化して形成されてなる請求項4～6のいずれか一項に記載のハニカム構造体。

【請求項 8】

隔壁によって区画された流体の流路となる複数のセルを有するセル構造体を形成する工程と、得られた前記セル構造体の外周面に外壁を形成する工程とを含むハニカム構造体の製造方法であって、

30

前記セル構造体の外周面に、無機繊維、コロイド状酸化物、無機粒子、及び30重量%以下の水を含んでなり、前記無機繊維の軸方向の長さの平均値が10～100 μ mであるとともに、その径方向の長さの平均値が1～20 μ mであるコーティング材を塗布し、塗布した前記コーティング材を乾燥して前記外壁を形成することを特徴とするハニカム構造体の製造方法。

【請求項 9】

前記コーティング材に含まれる液体の表面張力を、25℃において、70dyn/cm以下に制御して、前記コーティング材を前記セル構造体の外周面に塗布する請求項8に記載のハニカム構造体の製造方法。

【請求項 10】

40

前記コーティング材が、25℃における密度が0.9～1.1g/cm³であるとともに、その表面張力が水よりも小さい有機溶媒をさらに含んでなる請求項8又は9に記載のハニカム構造体の製造方法。

【請求項 11】

前記コーティング材が、造孔材をさらに含んでなる請求項8～10のいずれか一項に記載のハニカム構造体の製造方法。

【請求項 12】

前記セル構造体に塗布した前記コーティング材を、150℃以上の温度で乾燥する請求項8～11のいずれか一項に記載のハニカム構造体の製造方法。

【請求項 13】

50

前記セル構造体を、一以上の前記セルを有するハニカムセグメントを複数形成し、得られた複数の前記ハニカムセグメントを接合一体化して形成する請求項 8～12 のいずれか一項に記載のハニカム構造体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、コーティング材、ハニカム構造体及びその製造方法に関する。さらに詳しくは、例えば、内燃機関、ボイラー等の排ガス中の微粒子捕集フィルター等に用いられるハニカム構造体に塗布し高温乾燥することによって、耐熱性及び化学耐久性を向上させ、クラック等の欠陥の発生を防止することのできるコーティング材、また、このようなコーティング材によって形成された外壁を有するハニカム構造体及びその製造方法に関する。 10

【0002】

【従来の技術】内燃機関、ボイラー等の排ガス中の微粒子、特にディーゼル微粒子の捕集フィルター等にハニカム構造体が用いられている。

【0003】このような目的で使用されるハニカム構造体は、一般に、図6(a)及び図6(b)に示すように、隔壁24によって区画された流体の流路となる複数のセル23を有し、端面が市松模様状を呈するように、隣接するセル23が互いに反対側となる一方の端部で封止された構造を有する。このような構造を有するハニカム構造体21において、被処理流体は流入孔側端面25が封止されていないセル23、すなわち流出孔側端面26で端部が封止されているセル23に流入し、多孔質の隔壁24を通して隣のセル23、すなわち流入孔側端面25で端部が封止され、流出孔側端面26が封止されていないセル23から排出される。この際、隔壁24がフィルターとなり、例えば、ディーゼルエンジンから排出されるスoot(スス)等が隔壁24に捕捉され隔壁24上に堆積する。このように使用されるハニカム構造体21は、排気ガスの急激な温度変化や局所的な発熱によってハニカム構造21内の温度分布が不均一となり、ハニカム構造体21にクラックを生ずる等の問題があった。特にディーゼルエンジンの排気中の粒子状物質を捕集するフィルター(以下DPFという)として用いられる場合には、溜まったカーボン微粒子を燃焼させて除去し再生することが必要であり、この際に局所的な高温化がおり、再生温度の不均一化による再生効率の低下及び大きな熱応力によるクラックが発生しやすいという問題があった。 30

【0004】このため、ハニカム構造体を複数に分割したセグメントを接合材により接合する方法が提案された。例えば、米国特許第4335783号公報には、多数のハニカム体を不連続な接合材で接合するハニカム構造体の製造方法が開示されている。また、特公昭61-51240号公報には、セラミックス材料よりなるハニカム構造のマトリックスセグメントを押し出し成形し、焼成後その外周部を加工して平滑にした後、その接合部に焼成後の鉋物組成がマトリックスセグメントと実質的に同じで、かつ熱膨張率の差が800℃において0.1%以下となるセラミックス接合材を塗布し、焼成する耐熱衝撃性回転蓄熱式が提案されている。また、1986年のSAE論文860008には、コージェライトのハニカムセグメントを同じくコージェライトセメントで接合したセラミックスハニカム構造体が開示されている。さらに、熱伝導率が高く、耐熱性の高い炭化珪素系の材料等を用いてハニカム構造体を作ることにより局所的な高温化を防止し、熱応力によるハニカム構造体の破損を防止することも試みられている。 40

【0005】しかしながらセグメント化することにより、及び／又は炭化珪素系の材料のように耐熱性の高い材料を用いることにより熱応力による、ハニカム構造体内部の破損はある程度抑制できるものの、ハニカム構造体の外周面部と中心部の温度差を解消することはできず、このためにハニカム構造体の外壁にクラックを生じるといった問題があった。

【0006】また、特開2000-102709公報には、セラミック構造体の外周面を強化するためのコーティング材中に、繊維長100 μ m～100mmの無機繊維を固形分で10～70重量%含有することにより、その外壁に弾性を持たせたセラミック構造体が開示されている。しかしながら無機繊維を含有することにより、熱応力に起因するセラミ 50

ック構造体の破損を抑制することができるものの、繊維長が $100\mu\text{m}\sim 100\text{mm}$ もの長い繊維を使用した場合、塗布可能なペーストを得るためには有機溶媒又は大量の水を必要とする。このように大量の溶媒を使用したコーティング材は、急激な乾燥により大きく収縮することからクラックを生ずることがあるために、塗布したコーティング材を高温で乾燥することができなかった。よって、特開2000-102709公報においては、このようなコーティング材を塗布したセラミック構造体を 120°C にて乾燥を行っているが、コーティング材に含有されたコロイド状酸化物は、 120°C では可逆的な水の吸脱着を行う状態にあり、乾燥温度が不十分であることから、得られたセラミック構造体の外壁においては、耐水性、耐酸性のような化学耐久性という点で問題があった。

【0007】

10

【発明が解決しようとする課題】本発明はこのような事情に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、例えば、内燃機関、ボイラー等の排ガス中の微粒子捕集フィルター等に用いられるハニカム構造体に塗布し、高温乾燥することによって、耐熱性及び化学耐久性を向上させ、クラック等の欠陥の発生を防止することのできるコーティング材、また、このようなコーティング材によって形成された外壁を有し、熱応力に対する機械的強度の向上したハニカム構造体及びその製造方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明のコーティング材は、無機繊維、コロイド状酸化物、無機粒子、及び30重量%以下の水を含んでなり、前記無機繊維の軸方向の長さの平均値が $10\sim 100\mu\text{m}$ であるとともに、その径方向の長さの平均値が $1\sim 20\mu\text{m}$ であることを特徴とする（以下、「第一の発明」ということがある）。

20

【0009】第一の発明においては、 25°C における密度が $0.9\sim 1.1\text{g}/\text{cm}^3$ であり、その表面張力が水よりも小さい有機溶媒をさらに含んでなることが好ましい。

【0010】また、第一の発明においては、造孔材をさらに含んでなることが好ましい。

【0011】また、本発明のハニカム構造体は、隔壁によって区画された流体の流路となる複数のセルを有するセル構造体と、前記セル構造体の外周面に配設された外壁とからなる筒状のハニカム構造体であって、前記外壁が、前記セル構造体の外周面に、無機繊維、コロイド状酸化物、無機粒子、及び30重量%以下の水を含んでなり、前記無機繊維の軸方向の長さの平均値が $10\sim 100\mu\text{m}$ であるとともに、その径方向の長さの平均値が $1\sim 20\mu\text{m}$ であるコーティング材を塗布した後、乾燥して形成されてなるものであることを特徴とする（以下、「第二の発明」ということがある）。

30

【0012】第二の発明においては、コーティング材が、 25°C における密度が $0.9\sim 1.1\text{g}/\text{cm}^3$ であり、その表面張力が水よりも小さい有機溶媒をさらに含んでなることが好ましい。

【0013】また、上述したコーティング材が、造孔材をさらに含んでなることが好ましい。

【0014】さらに、第二の発明においては、前述したセル構造体が、一以上のセルを有する複数のハニカムセグメントを接合一体化して形成されてなることが好ましい。

【0015】さらに、本発明のハニカム構造体の製造方法は、隔壁によって区画された流体の流路となる複数のセルを有するセル構造体を形成する工程と、得られた前記セル構造体の外周面に外壁を形成する工程とを含むハニカム構造体の製造方法であって、前記セル構造体の外周面に、無機繊維、コロイド状酸化物、無機粒子、及び30重量%以下の水を含んでなり、前記無機繊維の軸方向の長さの平均値が $10\sim 100\mu\text{m}$ であるとともに、その径方向の長さの平均値が $1\sim 20\mu\text{m}$ であるコーティング材を塗布し、塗布した前記コーティング材を乾燥して前記外壁を形成することを特徴とする（以下、「第三の発明」ということがある）。

40

【0016】第三の発明においては、上述したコーティング材に含まれる液体の表面張力を、 25°C において、 $70\text{dyn}/\text{cm}$ 以下に制御して、上述したコーティング材をセル構造体の外周面に塗布することが好ましい。

【0017】また、第三の発明においては、上述したコーティング材が、 25°C における

50

密度が $0.9 \sim 1.1 \text{ g/cm}^3$ であるとともに、その表面張力が水よりも小さい有機溶媒をさらに含んでなることが好ましい。

【0018】また、第三の発明においては、上述したコーティング材が、造孔材をさらに含んでなることが好ましく、さらに、上述したセル構造体に塗布したコーティング材を、 150°C 以上の温度で乾燥することが好ましい。

【0019】また、第三の発明においては、上述したセル構造体を、一以上のセルを有するハニカムセグメントを複数形成し、得られた複数のハニカムセグメントを接合一体化して形成することが好ましい。

【0020】

【発明の実施の形態】以下、図面を参照して、本発明のコーティング材、ハニカム構造体 10 及びその製造方法の実施の形態について詳細に説明するが、本発明は、これに限定されて解釈されるものではなく、本発明の範囲を逸脱しない限りにおいて、当業者の知識に基づいて、種々の変更、修正、改良を加え得るものである。

【0021】まず、第一の発明のコーティング材の実施の形態について説明する。本実施の形態のコーティング材は、無機繊維、コロイド状酸化物、無機粒子、及び30重量%以下の水を含んでなり、無機繊維の軸方向の長さの平均値が $10 \sim 100 \mu\text{m}$ であるとともに、その径方向の長さの平均値が $1 \sim 20 \mu\text{m}$ であることを特徴とするコーティング材である。第一の発明のコーティング材においては、無機繊維の軸方向の長さの平均値は、 $10 \sim 80 \mu\text{m}$ であることがさらに好ましく、 $20 \sim 60 \mu\text{m}$ であることが最も好ましい。 20
また、無機繊維の径方向の長さの平均値が $3 \sim 15 \mu\text{m}$ であることがさらに好ましく、 $5 \sim 10 \mu\text{m}$ であることが最も好ましい。このような無機繊維としては、アルミノシリケート、炭化珪素等のセラミックファイバー、銅、鉄等のメタルファイバー等を好適に用いることができる。

【0022】コーティング材に用いられる無機繊維の軸方向の長さの平均値が $10 \mu\text{m}$ 未満であると、コーティング材の乾燥時における収縮が大きくなるためにクラックが発生し、かつ、例えば、コーティング材をハニカム構造体の外壁として用いた場合は、乾燥して形成された外壁に弾性を付与することができない。一方、無機繊維の軸方向の長さの平均値が $100 \mu\text{m}$ を超えると、コーティング材を良好に塗布することが可能な粘性を有するペーストを得るためには、溶媒としての水を大量に必要とすることになる。大量の水を用いたコーティング材は、乾燥時における収縮が大きくなるためにクラックが発生すること 30
がある。また、無機繊維の径方向の長さの平均値が $1 \mu\text{m}$ 未満であると、コーティング材の乾燥時における収縮が大きくなるためにクラックが発生し、かつ、例えば、コーティング材をハニカム構造体の外壁として用いた場合は、乾燥して形成した外壁に弾性を付与することができない。一方、無機繊維の径方向の長さの平均値が $20 \mu\text{m}$ を超えると、コーティング材を塗布する際にかすれ等が生じ、均一に塗布することができない。従って、無機繊維の軸方向の長さが $10 \sim 100 \mu\text{m}$ であるとともに、その径方向の長さの平均値が $1 \sim 20 \mu\text{m}$ である無機繊維を使用することにより、溶媒として用いる水の量を30重量%以下であっても良好に塗布することができる粘性を有するコーティング材とすることができる。また、溶媒として用いる水の量を30重量%以下にすることにより、塗布したコーティング材を 150°C 以上で乾燥したとしてもクラックが発生しないため、コーティン 40
グ材を高温で乾燥することが可能となる。

【0023】本実施の形態のコーティング材に用いられるコロイド状酸化物としては、例えば、シリカゾル又はアルミナゾル等を好適例として挙げることができ、また、無機粒子としては、例えば、炭化珪素、窒化珪素、コージェライト、アルミナ、ムライト、ジルコニア、燐酸ジルコニウム、アルミニウムチタネート、チタニア及びこれらの組み合わせよりなる群から選ばれるセラミックス、Fe-Cr-Al系金属、ニッケル系金属又は金属SiとSiC等を好適に用いることができる。コロイド状酸化物は、接着力を付与するために好適であり、無機粒子は、コーティング材が塗布される表面の材質に合わせて適宜選択することで、コーティング材の親和性を向上させることができる。上述したコロイド状酸化物は、乾燥し脱水することによって無機繊維及び無機粒子と結合し、乾燥したコーテ 50

ィング材を耐熱性等に優れた強固なものとする事ができる。特に、このコロイド状酸化物は、150℃以上で乾燥することによって、不可逆的な結合をすることから、乾燥したコーティング材を化学耐久性にも優れたものとする事ができる。

【0024】また、本実施の形態においては、25℃における密度が0.9~1.1g/cm³であり、その表面張力が水よりも小さい有機溶媒をさらに含んでなることが好ましい。具体的な表面張力の数値としては、25℃における水の表面張力は、約72dyn/cmであることから、例えば、20~70dyn/cmであることが好ましい。さらに、この有機溶媒は、水と良く混和するような、水との親和性を有するものであることが好ましい。このような有機溶媒としては、例えば、ジメチルフォルムアミド、酢酸、安息香酸エチル、ギ酸エチルを挙げることができる。

10

【0025】また、本実施の形態のコーティング材は、造孔材をさらに含んでなることが好ましい。造孔材の種類は、特に限定されることはないが、例えば、グラファイト、小麦粉、澱粉、フェノール樹脂、ポリメタクリル酸メチル、ポリエチレン、ポリエチレンテレフタレート、発泡樹脂、シラスバルーン、フライアッシュバルーン等を好適例として挙げることができる。このような造孔材を用いることによって、コーティング時の嵩密度を変化させることができるために、乾燥収縮を任意に制御することが可能となる。また、コーティング材の粘度は、25℃において10~100Pa・sであることが好ましく、15~50Pa・sであることがさらに好ましい。

【0026】これまでに説明したように、本実施の形態のコーティング材は、塗布したコーティング材を高温で乾燥することが可能であるとともに、乾燥に伴うコーティング材の破損、クラックの発生等を有効に防止し、乾燥したコーティング材を、耐熱性及び化学耐久性に優れたものとする事ができる。

20

【0027】次に、第二の発明のハニカム構造体の一の実施の形態について、図1を用いて具体的に説明する。本実施の形態のハニカム構造体1は、隔壁4によって区画された流体の流路となる複数のセル3を有するセル構造体2と、セル構造体2の外周面に配設された外壁5とからなる筒状のハニカム構造体1であって、この外壁5が、セル構造体2の外周面に、無機繊維、コロイド状酸化物、無機粒子、及び30重量%以下の水を含んでなり、無機繊維の軸方向の長さの平均値が10~100μmであるとともに、その径方向の長さの平均値が1~20μmであるコーティング材を塗布した後、乾燥して形成されてなるものであることを特徴とする。本実施の形態のハニカム構造体1の外壁5に用いられるコーティング材は、前述した第一の発明のコーティング材を好適に用いることができる。

30

【0028】このように構成することによって、例えば、内燃機関、ボイラー等の排ガス中の微粒子捕集フィルター等に用いられるハニカム構造体1の外壁5を、耐熱性及び化学耐久性に優れたものとする事ができる。

【0029】本実施の形態においては、コーティング材が、25℃における密度が0.9~1.1g/cm³であり、その表面張力が水よりも小さい有機溶媒をさらに含んでなることが好ましい。このような有機溶媒としては、例えば、ジメチルフォルムアミド、酢酸、安息香酸エチル、ギ酸エチルを挙げることができる。

【0030】また、外壁5を形成するコーティング材が、造孔材をさらに含んでなることが好ましい。造孔材の種類は、特に限定されることはないが、例えば、グラファイト、小麦粉、澱粉、フェノール樹脂、ポリメタクリル酸メチル、ポリエチレン、ポリエチレンテレフタレート、発泡樹脂、シラスバルーン、フライアッシュバルーン等を好適例として挙げることができる。このような造孔材を用いることによって、コーティング時の嵩密度を変化させることができるために、乾燥収縮を任意に制御することが可能となる。

40

【0031】また、セル構造体2の材質としては酸化物、非酸化物の各種セラミックスが考えられるが、炭化珪素または珪素-炭化珪素系複合材料からなることが好ましい。また、ハニカム構造体全体の熱伝導率に特に制限はないが、熱伝導率が高すぎるとハニカム構造体の放熱が大きすぎて、再生時に十分に温度が上昇せず再生効率が低下するため好ましくない。また、熱伝導率が低すぎると放熱が少なすぎために温度上昇が大きすぎて好ましくない。40℃における熱伝導率は10~60W/mKが好ましく、15~55W/m

50

Kがさらに好ましく、 $20 \sim 50 \text{ W/mK}$ が最も好ましい。

【0032】本実施の形態において、ハニカム構造体1のセル密度（単位断面積当たりのセル3の数）に特に制限はないが、セル密度が小さすぎると、フィルターとしての強度及び有効GSA（幾何学的表面積）が不足し、セル密度が大きすぎると、被処理流体が流れる場合の圧力損失が大きくなる。セル密度は、 $6 \sim 2000 \text{ セル/平方インチ}$ （ $0.9 \sim 311 \text{ セル/cm}^2$ ）が好ましく、 $50 \sim 1000 \text{ セル/平方インチ}$ （ $7.8 \sim 155 \text{ セル/cm}^2$ ）がさらに好ましく、 $100 \sim 400 \text{ セル/平方インチ}$ （ $15.5 \sim 62.0 \text{ セル/cm}^2$ ）が最も好ましい。また、セル3の断面形状に特に制限はないが、製作上の観点から、三角形、四角形、六角形及びコルゲート形状のうちのいずれかであることが好ましい。

10

【0033】本実施の形態のハニカム構造体1の断面形状は特に制限はなく、例えば、図1に示すような円形状の他、楕円形状、レーストラック形状、長円形状、三角、略三角、四角、略四角形状等の多角形状や異形状とすることができる。

【0034】本実施の形態のハニカム構造体1を、特にDPFとして用いる場合には、図2（a）及び図2（b）に示すように、所定のセル3aの開口部が一の端面8において封止され、残余のセル3bの開口部が他の端面9において封止されていることが好ましい。特に、端面8及び9が市松模様状を呈するように、隣接するセル3が互いに反対側となる一方の端部で封止されていることが好ましい。このようにセル3を封止することにより、例えば、一の端面8から流入した被処理流体は隔壁4を通して、他の端面9から流出し、被処理流体が隔壁4を通る際に隔壁4がフィルターの役目をはたし、目的物を除去することができ

20

【0035】封止に用いる材料としては、酸化物又は非酸化物の各種セラミックス等が考えられるが、強度、耐熱性等の観点から、コージェライト、ムライト、アルミナ、スピネル、炭化珪素、炭化珪素-コージェライト系複合材料、珪素-炭化珪素系複合材料、窒化珪素、リチウムアルミニウムシリケート、チタン酸アルミニウム、Fe-Cr-Al系金属及びこれらの組み合わせよりなる群から選ばれる1種又は2種以上の材料を好適に用いることができる。

【0036】本実施の形態のハニカム構造体1を、触媒担体として内燃機関等の熱機関若しくはボイラー等の燃焼装置の排気ガスの浄化、又は液体燃料若しくは気体燃料の改質に用いようとする場合、本実施の形態のハニカム構造体1に触媒、例えば、触媒能を有する金属を担持させることが好ましい。触媒能を有する金属の代表的なものとしては、Pt、Pd、Rh等が挙げられ、これらのうちの少なくとも1種をハニカム構造体1に担持させることが好ましい。

30

【0037】また、第二の発明の他の実施の形態として、図3に示すように、セル構造体2が、一以上のセル3を有する複数のハニカムセグメント6を接合一体化して形成されるものであってもよい。具体的には、図4に示すように、ハニカム構造体1（図1参照）を所望の大きさに分割した形状のハニカムセグメント6を複数形成する。このように形成されたハニカムセグメント6を、図3に示すように、接合材7を用いて接合一体化することでセル構造体2を形成し、得られたセル構造体2の外周面に、前述したコーティング材を用いて外壁を配設することで、ハニカム構造体1を形成することができる。このように構成されたハニカム構造体は、大型又は形状の特殊なものであっても容易に製造することができる。図3及び図4においては、ハニカムセグメント6の端面の形状が正方形のものを例示して説明したが、特に制限はなく、正方形の他、楕円形状、レーストラック形状、長円形状、三角、略三角、四角、略四角形状等の多角形状や異形状とすることができる。

40

【0038】次に、第三の発明のハニカム構造体の製造方法の一の実施の形態について説明する。本実施の形態のハニカム構造体の製造方法は、図5（a）に示すような、隔壁4によって区画された流体の流路となる複数のセル3を有するセル構造体2を形成する工程と、図5（b）に示すような、得られたセル構造体2の外周面に外壁5を形成する工程とを含むハニカム構造体1の製造方法であって、セル構造体2の外周面に、無機繊維、コロ

50

イド状酸化物、無機粒子、及び30重量%以下の水を含んでなり、無機繊維の軸方向の長さの平均値が $10 \sim 100 \mu\text{m}$ であるとともに、その径方向の長さの平均値が $1 \sim 20 \mu\text{m}$ であるコーティング材を塗布し、塗布したコーティング材を乾燥して外壁5を形成することを特徴とする。

【0039】図5(a)に示すようなセル構造体2を形成する工程における製造方法については、特に制限はなく、一般的にハニカム構造を有するものを製造する方法を用いることができるが、例えば、次のような工程で形成することができる。

【0040】セル構造体2を形成する原料の粒子状物質として、炭化珪素、窒化珪素、コージェライト、アルミナ、ムライト、ジルコニア、燐酸ジルコニウム、アルミニウムチタネート、チタニア及びこれらの組み合わせよりなる群から選ばれる少なくとも1種のセラミックス、Fe-Cr-Al系金属、ニッケル系金属又は金属SiとSiC等の粒子状物質を用い、これにメチルセルロース及びヒドロキシプロポキシルメチルセルロース等のバインダー、界面活性剤及び水等を添加して、可塑性の坏土を作製する。このようにして作成した坏土を、例えば、所望のセル形状を有する口金を用いて押出成形し、押出成形された坏土をマイクロ波及び熱風等で乾燥した後、焼成することにより、隔壁4によって区画された流体の流路となる複数のセル3を有するセル構造体2を形成する。

【0041】次に、このように形成されたセル構造体2の外周面に、図5(b)に示すように、無機繊維、コロイド状酸化物、無機粒子、及び30重量%以下の水を含んでなり、無機繊維の軸方向の長さの平均値が $10 \sim 100 \mu\text{m}$ であるとともに、その径方向の長さの平均値が $1 \sim 20 \mu\text{m}$ であるコーティング材を塗布し、塗布したコーティング材を乾燥して外壁5を形成する。ここで用いられたコーティング材は、前述した第一の発明のコーティング材を好適に用いることができる。

【0042】本実施の形態においては、コーティング材が、 25°C における密度が $0.9 \sim 1.1 \text{ g/cm}^3$ であるとともに、その表面張力が水よりも小さい有機溶媒をさらに含んでなることが好ましい。具体的な有機溶媒としては、第一の発明のコーティング材において説明した有機溶媒を好適に用いることができる。

【0043】また、本実施の形態においては、コーティング材に含まれる液体の表面張力を、 25°C において、 70 dyne/cm 以下に制御して、コーティング材をセル構造体の外周面に塗布することが好ましく、 $20 \sim 70 \text{ dyne/cm}$ に制御して塗布することが好ましい。このように、コーティング材に含まれる液体の表面張力を 70 dyne/cm 以下に制御することで、セル構造体2の外周面に塗布したコーティング材を乾燥する際に、コーティング材の乾燥収縮により発生するクラックを抑制することができる。コーティング材に含まれる液体の表面張力を 70 dyne/cm 以下に制御する理由としては、水の表面張力 72 dyne/cm に対して、コーティング材に含まれる液体の表面張力を下げることによって、コーティング材を乾燥する際に収縮によって生じるクラックを防止することができる。表面張力を制御する方法としては、上述した表面張力が水よりも小さい有機溶媒を加えることで容易に制御することができる。

【0044】また、本実施の形態のハニカム構造体の製造方法においては、コーティング材が、造孔材をさらに含んでなることが好ましい。具体的な造孔材としては、第一の発明のコーティング材において説明した造孔材を好適に用いることができる。

【0045】また、このように製造されたハニカム構造体1をフィルター、特にDPF等に用いる場合には、セル3の開口部を封止材により交互に目封止することが好ましく、さらに端面を交互に市松模様状になるように目封止することが好ましい。封止材による目封止は、目封止をしないセル3をマスキングし、原料をスラリー状として、ハニカム構造体1の開口端面に施与し、乾燥後焼成することにより行うことができる。目封止材の材料としては、前述したセル構造体2を形成する好ましい原料として挙げた群の中から好適に選ぶことができるが、セル構造体2に用いる原料と同材質の原料を用いることが好ましい。

【0046】また、本発明において、ハニカム構造体1に触媒を担持させても良い。この方法は、当業者が通常行う方法で良く、例えば、触媒スラリーをウォッシュコートして乾燥、焼成することにより触媒を担持させることができる。この工程もセル構造体2の成形

後であればどの時点で行っても良い。

【0047】また、本実施の形態のハニカム構造体の製造方法においては、セル構造体2に塗布したコーティング材を、150℃以上の温度で乾燥することが好ましい。本実施の形態に用いられるコーティング材は、含有する無機繊維の軸方向の長さの平均値が10～100μmであるとともに、その径方向の長さの平均値が1～20μmであるために、溶媒として用いる水分の量が30重量%以下であっても良好に塗布することができる粘性を有するとともに、このように水分の量が少ないコーティング材は、150℃以上の温度で乾燥したとしても、乾燥による収縮量が小さいために、クラック等の破損を生じない。

【0048】さらに、本実施の形態においては、上述したセル構造体2を形成する工程において、図3に示すような、セル構造体2を、一以上のセル3を有するハニカムセグメント6を複数形成し、得られた複数のハニカムセグメント6を接合一体化して形成することが好ましい。 10

【0049】具体的には、前述した坯土と同様に形成された坯土を、例えば、押出成形し、押出成形された坯土をマイクロ波及び熱風等で乾燥した後、焼成することにより、図4に示すような一以上のセル3を有するハニカムセグメント6を形成する。

【0050】次に、図3に示すような、接合層を形成するための接合材7をハニカムセグメント6の外周壁上に施与する工程とハニカムセグメント6を一体化する工程とを含む接合工程によりセル構造体2を形成する。接合材7をハニカムセグメント6の外周壁上に施与する方法については、特に制限はなく、例えば、スプレー法、ハケ・筆等による塗布、ディッピング法等により施与することができる。また、接合材7の材料としては特に制限はなく、例えば、無機繊維、無機粒子及び無機バインダー等を含む接合材7を挙げることができる。このようにして複数のハニカムセグメントが接合一体化して形成したセル構造体2を形成することができる。この後、得られたセル構造体2の外周面にコーティング材を塗布し、乾燥することによってハニカム構造体1を製造することができる。このように構成することによって、大型のハニカム構造体や、形状の特殊なハニカム構造体であっても容易に製造することができる。 20

【0051】

【実施例】以下、本発明を実施例に基づいてさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0052】（セル構造体の作製） 30

原料として、SiC粉80重量%、金属Si粉20重量%を混合し、ポリメタクリル酸メチル、メチルセルロース及びヒドロキシプロポキシルメチルセルロース、界面活性剤及び水を添加して、可塑性の坯土を作製した。この坯土を押出成形し、マイクロ波及び熱風で乾燥して隔壁の厚さが380μm、セル密度が約31.0セル/cm²（200セル/平方インチ）、断面が一辺35mmの正方形、長さが152mmのハニカムセグメントを得た。これを、端面が市松模様状を呈するように、隣接するセルが互いに反対側となる一方の端部で、ハニカムセグメントの製造に用いた材料と同様の材料で目封止して、乾燥させた後、大気雰囲気中約400℃で脱脂し、その後Ar不活性雰囲気中で約1450℃で焼成して、Si結合SiCのハニカムフィルターのセグメントを得た。このようにして形成されたハニカムフィルターのセグメントを無機繊維、無機粒子及び無機バインダー等を含む接合材を用いてハニカムセグメント同士を一体化し、144mm（5.66インチ）×152mm（6インチ）のDPF用セル構造体を作製した。 40

【0053】（実施例1～7及び比較例1～5）

表1に示す組成で、アルミノシリケート繊維、平均径5μmの炭化珪素、及びシリカゾル40重量%水溶液に造孔材として澱粉を混合し、表1に示すように、実施例1においては水、実施例2～7及び比較例1～5においては水とジメチルフォルムアミドを加えてミキサーを用いて30分間混練を行い、コーティング材1～7（実施例1～7）及びコーティング材8～12（比較例1～5）を得た。アルミノシリケート繊維の軸方向及び径方向の長さの平均値は、光学顕微鏡にて写真を取り込んだ後、長軸と短軸の長さを画像処理によって求め、それぞれ軸方向、径方向の長さの平均値とした。溶媒の表面張力は毛管法によ 50

って求めた。粘度は25℃において300Pとなるように溶媒量にて調整した。実施例1～7及び比較例1～5においては、シリカゾル水溶液が水を含んだものであるため、コーティング材1～12に含まれる水の量を総水量として示した。

【0054】

【表1】

		アルミノシリケート繊維				炭化珪素 [重量%]	シリカゾル [重量%]	炭粉 [重量%]	水 [重量%]	ジメチル フォオルム アミド [重量%]	総水量 [重量%]	溶媒の 表面張力 [dyn/cm]
		添加量 [重量%]	平均径 [μm]	平均径 [μm]	平均長 [μm]							
実施例	1	コーティング材 1	31	6	50	37	20	-	12	-	24.0	72
	2	コーティング材 2	31	6	50	37	20	-	10	2	22.0	60
	3	コーティング材 3	30	6	50	35	19	3	11	2	22.4	60
	4	コーティング材 4	32	2	20	38	20	-	8	2	20.0	58
	5	コーティング材 5	30	2	90	36	18	-	14	2	24.8	62
	6	コーティング材 6	32	15	50	38	20	-	8	2	20.0	58
	7	コーティング材 7	31	15	90	36	19	-	12	2	23.4	61
比較例	1	コーティング材 8	31	6	8	36	21	3	7	2	19.6	58
	2	コーティング材 9	21	6	1000	25	13	3	36	2	43.8	68
	3	コーティング材 10	28	0.5	50	32	17	3	18	2	28.2	63
	4	コーティング材 11	29	40	100	33	18	3	15	2	25.8	62
	5	コーティング材 12	46	2	90	10	17	-	25	2	35.2	65

10

20

30

40

50

【0055】（実施例8～14）

前述したDPF用セル構造体の外周面に、表1に示した組成のコーティング材1～7（実施例1～7）を、厚さ1.0mmで塗布し、乾燥後、得られたハニカム構造体（実施例8～14）の外壁の表面の様子を観察し、クラックの有無を確認した。コーティング材の乾燥は、自然乾燥48時間と、200℃で5時間との2つ条件を、各実施例8～14について行った。観察結果を表2に示す。

【0056】

【表2】

			自然乾燥後の 表面観察結果	200℃乾燥後の 表面観察結果
実 施 例	8	コーティング材1	クラック無し	数ヶ所マイクロクラック有り
	9	コーティング材2	クラック無し	クラック無し
	10	コーティング材3	クラック無し	クラック無し
	11	コーティング材4	クラック無し	クラック無し
	12	コーティング材5	クラック無し	クラック無し
	13	コーティング材6	クラック無し	クラック無し
	14	コーティング材7	クラック無し	クラック無し
比 較 例	6	コーティング材8	クラック無し	全面クラック有り
	7	コーティング材9	クラック無し	全面クラック有り
	8	コーティング材10	クラック無し	全面クラック有り
	9	コーティング材11	コーティング不可	
	10	コーティング材12	クラック無し	全面クラック有り

【0057】（比較例6～10）

前述したDPF用セル構造体の外周面に、表1に示した組成のコーティング材8～12（比較例1～5）を、厚さ1.0mmで塗布し、乾燥後、得られたハニカム構造体（比較例6～10）の外壁の表面の様子を観察し、クラックの有無を確認した。コーティング材の乾燥は、自然乾燥48時間と、200℃で5時間との2つ条件を、各比較例6～10について行った。観察結果を表2に示す。

【0058】表2に示すように、実施例9～14においては、ハニカム構造体の表面にクラックは確認されなかった、又、実施例8において、200℃乾燥後の表面観察結果では数カ所のマイクロクラックが確認されたが、実施例8のハニカム構造体をフィルターとして使用するには問題無いものであった。

【0059】また、比較例6～8及び10においては、200℃乾燥後の表面観察結果では、ハニカム構造体の外壁の全面にクラックが確認され、フィルターとして使用することはできないものであった。また、比較例9においては、セル構造体にコーティング材を塗布することができなかった。このことから、本実施例8～14のハニカム構造体は耐久性において明らかに優れていることがわかる。

【0060】（実施例15及び比較例11）

次に、実施例10において200℃で乾燥したハニカム構造体を、70℃の10%硫酸水溶液に24時間浸漬した実施例15と、比較例7において自然乾燥したハニカム構造体を実施例15と同様に処理した比較例11との外壁の表面の様子を観察した。観察結果を表

3に示す。

【0061】

【表3】

	乾燥条件	浸漬後の表面観察結果
実施例15	200℃にて5時間	変化無し
比較例11	自然乾燥にて48時間	一部外壁が剥離

10

【0062】実施例15のハニカム構造体は、外壁の表面に変化は見られなかったが、比較例11のハニカム構造体は、一部外壁が剥離してしまった。この結果から分かるように、コーティング材を塗布したハニカム構造体を高温にて乾燥したハニカム構造体の外壁は、化学耐久性に優れていることがわかる。

【0063】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によって、第一の発明のコーティング材は、例えば、内燃機関、ボイラー等の排ガス中の微粒子捕集フィルター等に用いられるハニカム構造体に塗布し高温乾燥することによって、耐熱性及び化学耐久性を向上させ、クラック等の欠陥の発生を防止することができる。第一の発明のコーティング材は、上述したようにハニカム構造体の外壁を形成するに際し、特に有効に用いることができるものであるが、このコーティング材はハニカム構造体の外壁を形成するのみに用いられるものではなく、温度変化を伴う状況下で使用される物質の表面に塗布し乾燥することによって、その物質の耐熱性及び化学耐久性を向上させることができる。

20

【0064】また、第二の発明のハニカム構造体及び第三の発明のハニカム構造体の製造方法によれば、熱応力に対する機械的強度の向上したハニカム構造体を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明（第二の発明）のハニカム構造体の一の実施の形態を示す斜視図である。

【図2】本実施の形態のハニカム構造体を、DPFとして用いた場合を示す説明図であって、(a)は、ハニカム構造体の斜視図、(b)は、ハニカム構造体の端面の一部拡大平面図である。

30

【図3】本発明（第二の発明）のハニカム構造体の他の実施の形態を示す斜視図である。

【図4】本発明（第二の発明）のハニカム構造体の他の実施の形態に用いられるハニカムセグメントを示す斜視図である。

【図5】本発明（第三の発明）のハニカム構造体の製造方法の一の実施の形態を示す説明図であって、(a)は、セル構造体を示す斜視図、(b)は、ハニカム構造体示す斜視図である。

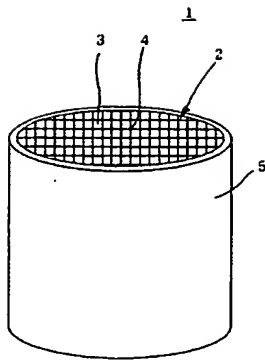
【図6】従来のハニカム構造体を示す説明図であって、(a)は、ハニカム構造体の斜視図、(b)は、ハニカム構造体の端面の一部拡大平面図である。

【符号の説明】

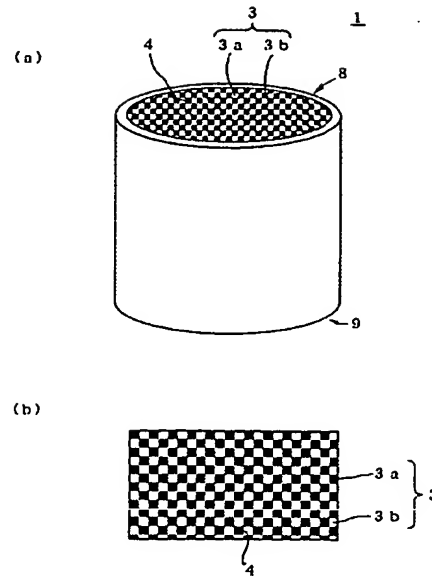
40

1…ハニカム構造体、2…セル構造体、3, 3a, 3b…セル、4…隔壁、5…外壁、6…ハニカムセグメント、7…接合材、8, 9…端面、21…ハニカム構造体、23…セル、24…隔壁、25…流入孔側端面、26…流出孔側端面。

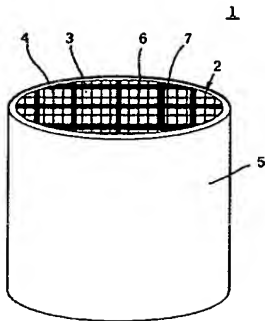
【図 1】



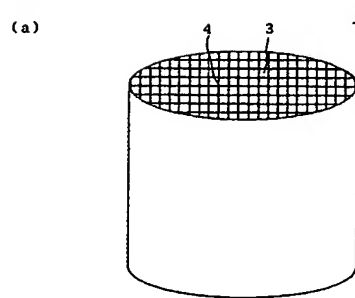
【図 2】



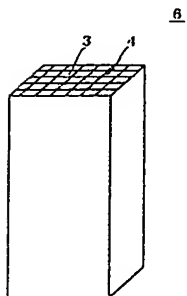
【図 3】



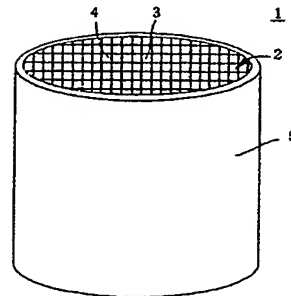
【図 5】



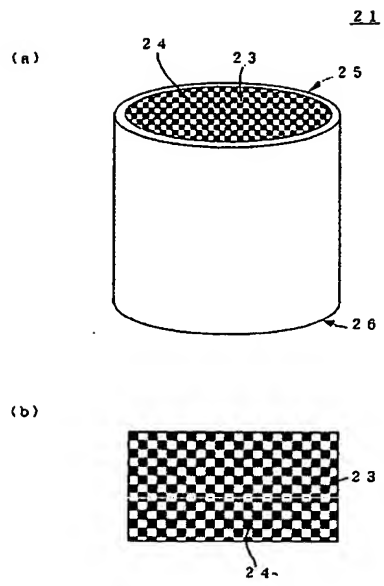
【図 4】



(b)



【図 6】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

テーマコード (参考)

C 0 4 B 41/87

C 0 4 B 41/87

R

F ターム (参考) 4G055 AA07 AC10 BA12 BA35

4J038 AA011 BA122 CB022 CG142 DA042 DD072 HA036 HA066 HA156 HA211

HA216 HA416 HA436 HA441 HA556 HA561 JA37 JA56 JA60 JB13

KA06 KA08 KA19 KA20 KA22 MA08 MA10 MA14 PA18 PA19

PB06

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-051674

(43)Date of publication of application : 19.02.2004

(51)Int.Cl.

C09D 1/00
B01D 39/00
B01D 39/20
B28B 11/04
C04B 35/66
C04B 41/87

(21)Application number : 2002-207473

(71)Applicant : NGK INSULATORS LTD

(22)Date of filing : 16.07.2002

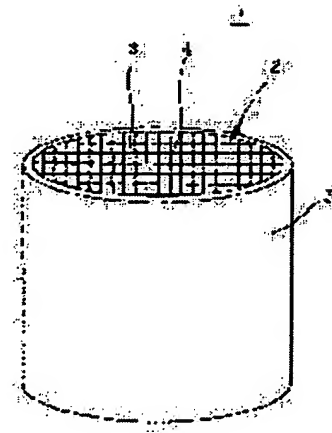
(72)Inventor : MASUKAWA SUNAO
ICHIKAWA SHUICHI

(54) COATING MATERIAL, HONEYCOMB STRUCTURE, AND PREPARATION METHOD THEREOF

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a coating material which is improved in heat resistance and chemical durability by high-temperature drying, thus being prevented from the occurrence of defects such as cracks; a honeycomb structure which has an outer wall formed from the coating material and an improved mechanical strengths against thermal stress; and a production method thereof.

SOLUTION: The honeycomb structure 1 is prepared by forming an outer wall 5 on the peripheral surface of a cell structure 2 by applying thereto a coating material containing inorganic fibers, a colloidal oxide, inorganic particles, and at most 30 wt% water, followed by drying provided that the inorganic fibers have an average axial direction length of 10-100 μm and an average radial direction length of 1-20 μm .



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of
rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1]

The coating material characterized by the average of the path lay length being 1-20 micrometers coming [an inorganic fiber, a colloid oxide, an inorganic particle, and 30 or less % of the weight of water] while the average of the die length of the shaft orientations of said inorganic fiber is 10-100 micrometers.

[Claim 2]

The coating material according to claim 1 which the consistency in 25 degrees C is 0.9 - 1.1 g/cm³, and comes to contain an organic solvent with the surface tension smaller than water further.

[Claim 3]

The coating material according to claim 1 or 2 which comes to contain ostomy material further.

[Claim 4]

It is the tubed honeycomb structure object which consists of a cellular structure object which has two or more cels used as the passage of the fluid divided by the septum, and an outer wall arranged by the peripheral face of said cellular structure object, The honeycomb structure object characterized by being the thing which it dries and comes to form after said outer wall applies to the peripheral face of said cellular structure object the coating material whose average of the path lay length is 1-20 micrometers coming [an inorganic fiber, a colloid oxide, an inorganic particle, and 30 or less % of the weight of water], while the average of the die length of the shaft orientations of said inorganic fiber is 10-100 micrometers.

[Claim 5]

The honeycomb structure object according to claim 4 which a consistency [in / in said coating material / 25 degrees C] is 0.9 - 1.1 g/cm³, and comes to contain an organic solvent with the surface tension smaller than water further.

[Claim 6]

The honeycomb structure object according to claim 4 or 5 with which said coating material comes to contain ostomy material further.

[Claim 7]

A honeycomb structure object given in any 1 term of claims 4-6 which it comes to form by said cellular structure object carrying out the junction unification of two or more honeycomb segments which have one or more cels.

[Claim 8]

It is the manufacture approach of a honeycomb structure object including the process which forms the cellular structure object which has two or more cels used as the passage of the fluid divided by the septum, and the process which forms an outer wall in the peripheral face of said acquired cellular structure object,

The manufacture approach of the honeycomb structure object characterized by drying said coating material which applied the coating material whose average of the path lay length is 1-20 micrometers, and was applied, and forming said outer wall at the peripheral face of said cellular structure object coming [an inorganic fiber, a colloid oxide, an inorganic particle, and 30 or less % of the weight of water] while the average of the die length of the shaft orientations of said inorganic fiber is 10-100 micrometers.

[Claim 9]

The manufacture approach of the honeycomb structure object according to claim 8 which controls the surface tension of the liquid contained in said coating material to 70 or less dyn/cm in 25 degrees C, and applies said coating material to the peripheral face of said cellular structure object.

[Claim 10]

The manufacture approach of the honeycomb structure object according to claim 8 or 9 which comes to contain an organic solvent with the surface tension smaller than water further while a consistency [in / in said coating material / 25 degrees C] is 0.9 - 1.1 g/cm³.

[Claim 11]

The manufacture approach of a honeycomb structure object given in any 1 term of claims 8-10 to which said coating material comes to contain ostomy material further.

[Claim 12]

The manufacture approach of a honeycomb structure object given in any 1 term of claims 8-11 which dry said coating material applied to said cellular structure object at the temperature of 150 degrees C or more.

[Claim 13]

A honeycomb structure object given in any 1 term of claims 8-12 which form two or more honeycomb segments which have said one or more cels for said cellular structure object, carry out junction unification and form said two or more obtained honeycomb segments.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to a coating material, a honeycomb structure object, and its manufacture approach. By applying to the honeycomb structure object used for the particle uptake filter in exhaust gas, such as an internal combustion engine and a boiler, etc. in more detail, and carrying out elevated-temperature desiccation, thermal resistance and chemistry endurance are raised and it is related with the honeycomb structure object which has the outer wall formed by the coating material which can prevent generating of defects, such as a crack, and such coating material, and its manufacture approach.

[0002]

[Description of the Prior Art] The honeycomb structure object is used for the uptake filter of the particle in exhaust gas, such as an internal combustion engine and a boiler, especially a diesel particle etc.

[0003] The honeycomb structure object used for such the purpose has the structure where while becomes the opposite side mutually and the closure of the adjoining cel 23 was generally carried out at the end so that it might have two or more cels 23 used as the passage of the fluid divided by the septum 24 and an end face might present the shape of a checker, as shown in drawing 6 (a) and drawing 6 R> 6 (b). In the honeycomb structure object 21 which has such structure, it flows into the cel 23 to which the closure of the edge is carried out, the closure of the edge is carried out through the porous septum 24 in respect of [25] the next cel 23, i.e., an incurent pore side edge, and a processed fluid is discharged in respect of [26] the cel 23 to which the closure of the incurent pore side edge side 25 is not carried out, i.e., an outflow hole side edge, from the cel 23 to which the closure of the outflow hole side edge side 26 is not carried out. Under the present circumstances, a septum 24 serves as a filter, for example, the soot (soot) discharged from a diesel power plant is caught by the septum 24, and it deposits on a septum 24. Thus, the temperature distribution within honeycomb structure 21 became uneven by the temperature change with rapid exhaust gas, or local generation of heat, and the honeycomb structure object 21 used had problems, such as producing a crack on the honeycomb structure object 21. When used as a filter (it is called Following DPF) which carries out uptake of the particulate matter under exhaust air of a diesel power plant especially, the collected carbon particle was burned, to remove and reproduce is required, local elevated-temperature-ization started on this occasion, and there was a problem of being easy to generate the decline in regeneration efficiency by ununiformity-izing of regenerating temperature and the crack by big thermal stress.

[0004] For this reason, the approach of joining the segment which divided the honeycomb structure object into plurality with a jointing material for corrugated fibreboard was proposed. For example, the manufacture approach of the honeycomb structure object which joins much honeycomb objects to a U.S. Pat. No. 4335783 official report with a discontinuous jointing material for corrugated fibreboard is indicated. Moreover, after carrying out extrusion molding of the matrix segment of the honeycomb structure which consists of a ceramic ingredient to JP,61-51240,B, processing the periphery section after baking and making it smooth, it is substantially [as a matrix segment] the same, and the thermal-shock-resistance rotation accumulation type at which the difference of coefficient of thermal expansion applies and calcinates [the mineral composition after calcinating to the joint] the ceramic jointing material for corrugated fibreboard which becomes with 0.1% or less in 800 degrees C is propose. Moreover, the ceramic honeycomb structure object which similarly joined the honeycomb segment of cordierite to the SAE paper 860008 in 1986 into cordierite cement is indicated. Furthermore, thermal conductivity is high and to prevent local elevated-temperature-ization and to prevent breakage of the honeycomb structure object by thermal stress is also tried by making a honeycomb structure object using the ingredient of a heat-resistant high silicon carbide system etc.

[0005] however, the thing to segment -- and/or, although the breakage inside a honeycomb structure object by thermal stress could be controlled to some extent by using a heat-resistant high ingredient like the ingredient of a silicon carbide system, the temperature gradient of the peripheral face section of a honeycomb structure object and a core could not be canceled, for this reason there was a problem of producing a crack in the outer wall of a honeycomb structure object.

[0006] Moreover, the ceramic structure which gave elasticity to the outer wall is indicated by the JP,2000-102709,A official report by containing an inorganic fiber with a fiber length of 100 micrometers - 100mm ten to 70% of the weight by solid content in the coating material for strengthening the peripheral face of the ceramic structure. However, when the fiber length of what can control breakage of the ceramic structure which originates in thermal stress by containing an inorganic fiber uses 100 micrometers - no less than 100mm long fiber, in order to obtain the paste which can be applied, an organic solvent or a lot of water is needed. Thus, since it contracted greatly by rapid desiccation and a crack may have been produced, the coating material which used a lot of solvents was not able to dry the applied coating material at an elevated temperature. Therefore, in the JP,2000-102709,A official report, at 120 degrees C, the colloid oxide which contained the ceramic structure which applied such a coating material in the coating material although it was dry at 120 degrees C was in the condition of performing the adsorption and desorption of reversible water, and had a problem in the outer wall of the obtained ceramic structure from drying temperature being inadequate in respect of a water resisting property and chemistry endurance like acid resistance.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The place which this invention is made in view of such a situation, and is made into the purpose Apply to the honeycomb structure object used for the particle uptake filter in exhaust gas, such as an internal combustion engine and a boiler, etc., and for example, by carrying out elevated-temperature desiccation Thermal resistance and chemistry endurance are raised, and it has the outer wall formed by the coating material which can prevent generating of defects, such as a crack, and such coating material, and is in offering the honeycomb structure object whose mechanical strength to thermal stress improved, and its manufacture approach.

[0008]

[Means for Solving the Problem] Coming [an inorganic fiber, a colloid oxide, an inorganic particle, and 30 or less % of the weight of water], the coating material of this invention is characterized by the average of the path lay length being 1-20 micrometers while the average of the die length of the shaft orientations of said inorganic fiber is 10-100 micrometers (it may be hereafter called "the first invention").

[0009] In the first invention, the consistency in 25 degrees C is 0.9 - 1.1 g/cm³, and it is desirable to come to contain an organic solvent with the surface tension smaller than water further.

[0010] Moreover, in the first invention, it is desirable to come to contain ostomy material further.

[0011] Moreover, the cellular structure object which has two or more cels from which the honeycomb structure object of this invention serves as passage of the fluid divided by the septum, It is the tubed honeycomb structure object which consists of an outer wall arranged by the peripheral face of said cellular structure object. To the peripheral face of said cellular structure object, coming [an inorganic fiber, a colloid oxide, an inorganic particle, and 30 or less % of the weight of water], while the average of the die length of the shaft orientations of said inorganic fiber is 10-100 micrometers, said outer wall After the average value of the path lay length applies the coating material which is 1-20 micrometers, it is characterized by being the thing which it dries and comes to form (it may be hereafter called "the second invention").

[0012] In the second invention, a consistency [in / in a coating material / 25 degrees C] is 0.9 - 1.1 g/cm³, and it is desirable to come to contain an organic solvent with the surface tension smaller than water further.

[0013] Moreover, it is desirable that the coating material mentioned above comes to contain ostomy material further.

[0014] Furthermore, in the second invention, it is desirable for the cellular structure object mentioned above to carry out the junction unification of two or more honeycomb segments which have one or more cels, and to come to be formed.

[0015] Furthermore, the manufacture approach of the honeycomb structure object of this invention The process which forms the cellular structure object which has two or more cels used as the passage of the fluid divided by the septum, It is the manufacture approach of the honeycomb structure object which includes the process which forms an outer wall in the peripheral face of said acquired cellular structure object. To the peripheral face of said cellular structure object, coming [an inorganic fiber, a colloid oxide, an inorganic particle, and 30 or less % of the weight of water], while the average of the die length of the shaft orientations of said inorganic fiber is 10-100 micrometers The average value of the path lay length applies the coating material which is 1-20 micrometers, and is characterized by drying said applied coating material and forming said outer wall (it may be hereafter called "the third invention").

[0016] In the third invention, it is desirable to apply to the peripheral face of a cellular structure object the coating material which controlled and mentioned above the surface tension of the liquid contained in the coating material mentioned above to 70 or less dyn/cm in 25 degrees C.

[0017] Moreover, in the third invention, while a consistency [in / in the coating material mentioned above / 25 degrees C] is 0.9 - 1.1 g/cm³, it is desirable to come to contain an organic solvent with the surface tension smaller than water further.

[0018] Moreover, in the third invention, it is desirable that the coating material mentioned above dries the coating material applied to the cellular structure object which it was desirable to have come to contain ostomy material further, and was further mentioned above at the temperature of 150 degrees C or more.

[0019] Moreover, in the third invention, it is desirable to form two or more honeycomb segments which have one or more cels for the cellular structure object mentioned above, to carry out junction unification and to form two or more obtained honeycomb segments.

[0020]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, although the gestalt of operation of the coating material of this invention, a honeycomb structure object, and its manufacture approach is explained to a detail with reference to a drawing, this invention can add various modification, correction, and amelioration based on this contractor's knowledge, unless it is limited to this, and is not interpreted and it deviates from the range of this invention.

[0021] First, the gestalt of operation of the coating material of the first invention is explained. The coating material of the gestalt of this operation is a coating material characterized by the average of the path lay length being 1-20 micrometers coming [an inorganic fiber, a colloid oxide, an inorganic particle, and 30 or less % of the weight of water] while the average of the die length of the shaft orientations of an inorganic fiber is 10-100 micrometers. In the coating material of the first invention, as for the average of the die length of the shaft orientations of an inorganic fiber, it is still more desirable that it is 10-80 micrometers, and it is most desirable that it is 20-60 micrometers. Moreover, it is still more desirable that the average of the path lay length of an inorganic fiber is 3-15 micrometers, and it is most desirable that it is 5-10 micrometers. As such an inorganic fiber, metal fibers, such as ceramic fiber, such as aluminosilicate and silicon carbide, copper, and iron, etc. can be used suitably.

[0022] Elasticity cannot be given to the outer wall formed by drying, when a crack occurs and a coating material is used as an outer wall of a honeycomb structure object, since the contraction [be / the average value of the die length of the shaft orientations of the inorganic fiber used for a coating material / less than 10 micrometers] at the time of desiccation of a coating material becomes large. On the other hand, if the average value of the die length of the shaft orientations of an inorganic fiber exceeds 100 micrometers, in order to obtain the paste which has the viscosity which can apply a coating material good, the water as a solvent will be needed in large quantities. Since the contraction at the time of desiccation becomes large, a crack may generate the coating material using a lot of water. Moreover, elasticity cannot be given to the outer wall dried and formed, when a crack occurs and a coating material is used as an outer wall of a honeycomb structure object, since the contraction [be / the average value of the path lay length of an inorganic fiber / less than 1 micrometer] at the time of desiccation of a coating material becomes large. On the other hand, if the average value of the path lay length of an inorganic fiber exceeds 20 micrometers, in case a coating material is applied, a blur etc. arises, and it cannot apply to homogeneity. Therefore, while the die length of the shaft orientations of an inorganic fiber is 10-100 micrometers, it can consider as the coating material which has the viscosity which can apply the amount of the water used as a solvent good even if it is 30 or less % of the weight by using the inorganic fiber whose average of the path lay length is 1-20 micrometers. Moreover, since a crack does not occur even if it dries the coating material applied by ****ing the amount of the water used as a solvent to 30 or less % of the weight above 150 degrees C, it becomes possible to dry a coating material at an elevated temperature.

[0023] The ceramics chosen from the group which can mention a silica sol or alumina sol as a suitable example, and consists of silicon carbide, silicon nitride, cordierite, an alumina, a mullite, a zirconia, zirconium phosphate, aluminum titanate, titanias, and such combination as an inorganic particle as a colloid oxide used for the coating material of the gestalt of this operation, for example, a Fe-Cr-aluminum system metal, a nickel system metal, or Metals Si and SiC can be used suitably. An inorganic particle can raise the compatibility of a coating material by choosing suitably according to the quality of the material of the front face where colloid oxide is suitable in order to give adhesive strength, and a coating material is applied. The colloid oxide mentioned above can make [excellent in thermal resistance etc.] firm the coating material which combined with the inorganic fiber and the inorganic particle, and was dried by drying and dehydrating. Especially this colloid oxide should be excellent also in chemistry endurance in the dry coating material

from carrying out irreversible association by drying above 150 degrees C.

[0024] Moreover, in the gestalt of this operation, the consistency in 25 degrees C is 0.9 - 1.1 g/cm³, and it is desirable to come to contain an organic solvent with the surface tension smaller than water further. As for the surface tension of the water in 25 degrees C, as a numeric value of concrete surface tension, it is desirable from their being about 72 dyn/cm that it is 20 - 70 dyn/cm for example. Furthermore, as for this organic solvent, it is desirable that it is what has the compatibility of water and water with which it mixes well.

As such an organic solvent, dimethyl formamide, an acetic acid, ethyl benzoate, and an ethyl formate can be mentioned, for example. [0025] Moreover, as for the coating material of the gestalt of this operation, it is desirable to come to contain ostomy material further. Although especially the class of ostomy material is not limited, it can mention graphite, wheat flour, starch, phenol resin, a polymethyl methacrylate, polyethylene, polyethylene terephthalate, foaming resin, milt balun, fly ash balun, etc. as a suitable example, for example. Since the bulk density at the time of coating can be changed by using such ostomy material, it becomes possible to control drying shrinkage to arbitration. Moreover, in 25 degrees C, as for the viscosity of a coating material, it is desirable that it is 10 - 100 Pa-s, and it is still more desirable that it is 15 - 50 Pa-s.

[0026] As explained until now, while the coating material of the gestalt of this operation was able to dry the applied coating material at an elevated temperature, breakage of the coating material accompanying desiccation, generating of a crack, etc. should be prevented effectively, and the dry coating material should be excelled in thermal resistance and chemistry endurance.

[0027] Next, the gestalt of operation of one of the honeycomb structure object of the second invention is concretely explained using drawing 1. The cellular structure object 2 which has two or more cels 3 from which the honeycomb structure object 1 of the gestalt of this operation serves as passage of the fluid divided by the septum 4. It is the tubed honeycomb structure object 1 which consists of an outer wall 5 arranged by the peripheral face of the cellular structure object 2. To the peripheral face of the cellular structure object 2, coming [an inorganic fiber, a colloid oxide, an inorganic particle, and 30 or less % of the weight of water], while the average of the die length of the shaft orientations of an inorganic fiber is 10-100 micrometers, this outer wall 5 After the average value of the path lay length applies the coating material which is 1-20 micrometers, it is characterized by being the thing which it dries and comes to form. The coating material of the first invention mentioned above can be suitably used for the coating material used for the outer wall 5 of the honeycomb structure object 1 of the gestalt of this operation.

[0028] Thus, by constituting, the outer wall 5 of the honeycomb structure object 1 used for the particle uptake filter in exhaust gas, such as an internal combustion engine and a boiler, etc. should be excelled in thermal resistance and chemistry endurance.

[0029] In the gestalt of this operation, a consistency [in / in a coating material / 25 degrees C] is 0.9 - 1.1 g/cm³, and it is desirable to come to contain an organic solvent with the surface tension smaller than water further. As such an organic solvent, dimethyl formamide, an acetic acid, ethyl benzoate, and an ethyl formate can be mentioned, for example.

[0030] Moreover, it is desirable that the coating material which forms an outer wall 5 comes to contain ostomy material further. Although especially the class of ostomy material is not limited, it can mention graphite, wheat flour, starch, phenol resin, a polymethyl methacrylate, polyethylene, polyethylene terephthalate, foaming resin, milt balun, fly ash balun, etc. as a suitable example, for example. Since the bulk density at the time of coating can be changed by using such ostomy material, it becomes possible to control drying shrinkage to arbitration.

[0031] Moreover, although the various ceramics of an oxide and a non-oxide can be considered as the quality of the material of the cellular structure object 2, it is desirable to consist of silicon carbide or silicon-silicon carbide system composite material. Moreover, although there is especially no limit in the thermal conductivity of the whole honeycomb structure object, when thermal conductivity is too high, heat dissipation of a honeycomb structure object is too large, and since temperature does not fully rise but regeneration efficiency falls at the time of playback, it is not desirable. Moreover, since there is too little heat dissipation when thermal conductivity is too low, a temperature rise is too large and is not desirable. The thermal conductivity in 40 degrees C has desirable 10 - 60 W/mK, its 15 - 55 W/mK is still more desirable, and its 20 - 50 W/mK is the most desirable.

[0032] although there is especially no limit in the cel consistency (the number of the cels 3 per unit cross section) of the honeycomb structure object 1, if a cel consistency is too small in the gestalt of this operation - the reinforcement as a filter - and effective - GSA (geometric surface area) runs short, and if a cel consistency is too large, pressure loss in case a processed fluid flows will become large. A cel consistency has desirable 6-2000 cel / square inch (0.9 - 311 cel / cm²), its 50-1000 cel / square inch (7.8 - 155 cel / cm²) are still more desirable, and its 100-400 cel / square inch (15.5 - 62.0 cel / cm²) are the most desirable. Moreover, although there is especially no limit in the cross-section configuration of a cel 3, it is desirable that it is either of the viewpoint on manufacture to triangles, squares, hexagons, and corrugated configurations.

[0033] The cross-section configuration of the honeycomb structure object 1 of the gestalt of this operation can make especially a limit the shape of a polygon and variant configurations, such as the shape of elliptical besides a circle configuration, a ball-race truck configuration, an ellipse configuration, a trigonum, an abbreviation trigonum, a rectangular head, and an abbreviation square, as there are not, for example, shown in drawing 1 R> 1.

[0034] In using the honeycomb structure object 1 of the gestalt of this operation especially as DPF, as it shows it in drawing 2 R> 2 (a) and drawing 2 (b), it is desirable that the closure of the opening of predetermined cel 3a is carried out in the end face 8 of 1, and the closure of the opening of residual cel 3b is carried out in other end faces 9. It is desirable that while becomes the opposite side mutually and the closure of the adjoining cel 3 is carried out at the end so that end faces 8 and 9 may present the shape of a checker especially. Thus, by closing a cel 3, in case the processed fluid which flowed from the end face 8 of 1 passes along a septum 4, it flows out of other end faces 9 and a processed fluid passes along a septum 4, a septum 4 can achieve the duty of a filter and can remove the specified substance.

[0035] As an ingredient used for the closure, although the various ceramics of an oxide or a non-oxide etc. can be considered, one sort or two sorts or more of ingredients chosen from the group which consists of cordierite, mullite, alumina, spinel, silicon carbide, and silicon carbide-cordierite system composite material, silicon-silicon carbide system composite material, silicon nitride, lithium aluminium silicate, aluminum titanate, Fe-Cr-aluminum system metals, and such combination can be suitably used from viewpoints, such as reinforcement and thermal resistance.

[0036] When it is going to use the honeycomb structure object 1 of the gestalt of this operation for reforming of purification of the exhaust gas of burners, such as heat engines, such as an internal combustion engine, or a boiler, liquid fuel, or gaseous fuel as catalyst support, it is desirable to make the honeycomb structure object 1 of the gestalt of this operation support a catalyst, for example, the metal which has catalyst ability. It is desirable for Pt, Pd, Rh, etc. to be mentioned and to make the honeycomb structure object 1 support at least one of sorts of these as a metaled typical thing which has catalyst ability.

[0037] Moreover, as a gestalt of other operations of the second invention, as shown in drawing 3, the cellular structure object 2 carries out the junction unification of two or more honeycomb segments 6 which have one or more cels 3, and you may come to form it. As shown in drawing 4, specifically, two or more honeycomb segments 6 of the configuration where the honeycomb structure object 1 (refer to drawing 1) was divided into desired magnitude are formed. Thus, the honeycomb structure object 1 can be formed by

arranging an outer wall using the coating material which formed the cellular structure object 2 and mentioned it above in the peripheral face of the acquired cellular structure object 2 by carrying out the junction unification of the formed honeycomb segment 6 using a jointing material for corrugated fibreboard 7, as shown in drawing 3. Thus, the constituted honeycomb structure object can be easily manufactured, even if a configuration is special on a large scale. In drawing 3 and drawing 4, although the configuration of the end face of the honeycomb segment 6 illustrated and explained the square thing, there is especially no limit and it can be made into the shape of a polygon and variant configurations, such as the shape of elliptical besides a square, a ball-race truck configuration, an ellipse configuration, a trigonum, an abbreviation trigonum, a rectangular head, and an abbreviation square.

[0038] Next, the gestalt of implementation of one of the manufacture approach of the honeycomb structure object of the third invention is explained. The manufacture approach of the honeycomb structure object of the gestalt this operation The process which forms the cellular structure object 2 which has two or more cels 3 used as the passage of the fluid divided by the septum 4 as shown in drawing 5 (a). It is the manufacture approach of the honeycomb structure object 1 which includes the process which forms an outer wall 5 in the peripheral face of the acquired cellular structure object 2 as shown in drawing 5 (b). To the peripheral face of the cellular structure object 2, coming [an inorganic fiber, a colloid oxide, an inorganic particle, and 30 or less % of the weight of water], while the average of the die length of the shaft orientations of an inorganic fiber is 10-100 micrometers The average value of the path lay length applies the coating material which is 1-20 micrometers, and is characterized by drying the applied coating material and forming an outer wall 5.

[0039] Although the approach of manufacturing what especially a limit does not have and generally has honeycomb structure about the manufacture approach in the process which forms the cellular structure object 2 as shown in drawing 5 (a) can be used, it can form at the following processes, for example.

[0040] Using particulate matter, such as at least one sort of ceramics chosen from the group which consists of silicon carbide, silicon nitride, cordierite, an alumina, a mullite, a zirconia, zirconium phosphate, aluminum titanate, titanias, and such combination as particulate matter of the raw material which forms the cellular structure object 2, a Fe-Cr-aluminum system metal, a nickel system metal, or Metals Si and SiC, binders, such as methyl cellulose and hydroxypropoxyl methyl cellulose, a surfactant, water, etc. are added to this, and a reversible plastic matter is produced. Thus, extrusion molding is carried out using the mouthpiece which has a desired cel configuration, and after drying the plastic matter by which extrusion molding was carried out by microwave, hot blast, etc., the cellular structure object 2 which has two or more cels 3 used as the passage of the fluid divided by the septum 4 is formed for the created plastic matter by calcinating.

[0041] Next, as shown in drawing 5 (b), it becomes the peripheral face of the cellular structure object 2 formed in this way including an inorganic fiber, a colloid oxide, an inorganic particle, and 30 or less % of the weight of water, and while the average of the die length of the shaft orientations of an inorganic fiber is 10-100 micrometers, the coating material which is 1-20 micrometers is applied, and the average of the path lay length dries the applied coating material, and forms an outer wall 5. The coating material of the first invention mentioned above can be suitably used for the coating material used here.

[0042] In the gestalt of this operation, while a consistency [in / in a coating material / 25 degrees C] is 0.9 - 1.1 g/cm³, it is desirable to come to contain an organic solvent with the surface tension smaller than water further. The organic solvent explained in the coating material of the first invention as a concrete organic solvent can be used suitably.

[0043] Moreover, in the gestalt of this operation, it is desirable to control the surface tension of the liquid contained in a coating material to 70 or less dyn/cm in 25 degrees C, and to apply a coating material to the peripheral face of a cellular structure object, and it is desirable to control and apply to 20 - 70 dyn/cm. Thus, by controlling the surface tension of the liquid contained in a coating material to 70 or less dyn/cm, in case the coating material applied to the peripheral face of the cellular structure object 2 is dried, the crack generated by the drying shrinkage of a coating material can be controlled. By lowering the surface tension of the liquid contained in a coating material to surface tension 72 dyn/cm of water as a reason for controlling the surface tension of the liquid contained in a coating material to 70 or less dyn/cm, in case a coating material is dried, the crack produced by contraction can be prevented. It is easily controllable by adding the organic solvent with the surface tension smaller than water mentioned above as an approach of controlling surface tension.

[0044] Moreover, in the manufacture approach of the honeycomb structure object of the gestalt this operation, it is desirable that a coating material comes to contain ostomy material further. The ostomy material explained in the coating material of the first invention as concrete ostomy material can be used suitably.

[0045] Moreover, when using for a filter, especially DPF, etc. the honeycomb structure object 1 manufactured in this way, it is desirable to carry out eye closure of the opening of a cel 3 by turns with a sealing agent, and it is desirable to carry out eye closure so that it may become checker-like by turns about an end face further. The eye closure by the sealing agent masks the cel 3 which does not carry out the eye closure, can be given to the opening end face of the honeycomb structure object 1 by the ability making a raw material into the shape of a slurry, and can perform it by calcinating after desiccation. Although it can choose suitably out of the group mentioned as a desirable raw material which forms the cellular structure object 2 mentioned above as an ingredient of an eye sealing agent, it is desirable to use the raw material used for the cellular structure object 2 and the raw material of this quality of the material.

[0046] Moreover, the honeycomb structure object 1 may be made to support a catalyst in this invention. The approach which this contractor usually performs is sufficient as this approach, for example, it can carry out the wash coat of the catalyst slurry, and can make a catalyst support by drying and calcinating. As long as this process is also after shaping of the cellular structure object 2, you may carry out at any time.

[0047] Moreover, in the manufacture approach of the honeycomb structure object of the gestalt this operation, it is desirable to dry the coating material applied to the cellular structure object 2 at the temperature of 150 degrees C or more. The coating material used for the gestalt of this operation While the average of the die length of the shaft orientations of the inorganic fiber to contain is 10-100 micrometers While having the viscosity which can be applied good even if the amount of the moisture used as a solvent is 30 or less % of the weight since the average of the path lay length is 1-20 micrometers Thus, since the coating material with few amounts of moisture has the small amount of contraction by desiccation even if it dries at the temperature of 150 degrees C or more, it does not produce breakage of a crack etc.

[0048] Furthermore, in the process which forms the cellular structure object 2 mentioned above in the gestalt of this operation, it is desirable to form two or more honeycomb segments 6 which have one or more cels 3 for the cellular structure object 2 as shown in drawing 3, to carry out junction unification and to form two or more obtained honeycomb segments 6.

[0049] After carrying out extrusion molding and drying the plastic matter by which extrusion molding was carried out by microwave, hot blast, etc., specifically, the honeycomb segment 6 which has one or more cels 3 as shown in drawing 4 is formed for **** mentioned above and **** formed similarly by calcinating.

[0050] Next, the cellular structure object 2 is formed according to a junction process including the process which gives the jointing material for corrugated fibreboard 7 for forming a junctional zone as shown in drawing 3 on the peripheral wall of the honeycomb

segment 6, and the process which unifies the honeycomb segment 6. About the approach of giving a jointing material for corrugated fibreboard 7 on the peripheral wall of the honeycomb segment 6, there is especially no limit, for example, it can be given by spreading by the spray method, a brush, a brush, etc., a dipping method, etc. Moreover, the jointing material for corrugated fibreboard 7 which especially a limit does not have as an ingredient of a jointing material for corrugated fibreboard 7, for example, contains an inorganic fiber, an inorganic particle, an inorganic binder, etc. can be mentioned. Thus, the cellular structure object 2 in which two or more honeycomb segments carried out junction unification and which they formed can be formed. Then, a coating material can be applied to the peripheral face of the acquired cellular structure object 2, and the honeycomb structure object 1 can be manufactured by drying. Thus, by constituting, even if it is a large-scale honeycomb structure object and a honeycomb structure object with a special configuration, it can manufacture easily.

[0051]

[Example] Hereafter, although this invention is further explained to a detail based on an example, this invention is not limited to these examples.

[0052] (Production of a cellular structure object)

As a raw material, 80 % of the weight of SiC powder and 20 % of the weight of metal Si powder were mixed, a polymethyl methacrylate, methyl cellulose and hydroxypropoxyl methyl cellulose, a surfactant, and water were added, and the reversible plastic matter was produced. Extrusion molding of this plastic matter was carried out, it dried by microwave and hot blast, and the thickness of a septum obtained 380 micrometers, the square about 31.0 cels / cm² (200 cel / square inch), and whose cross section a cel consistency is 35mm per side, and the honeycomb segment whose die length is 152mm. After while became the opposite side mutually, and the adjoining cel carried out eye closure and dried this with the ingredient used for manufacture of a honeycomb segment at the end, and the same ingredient so that an end face might present the shape of a checker, it degreased at about 400 degrees C among the atmospheric-air ambient atmosphere, it calcinated at about 1450 degrees C in Ar inert atmosphere after that, and the segment of the honeycomb filter of the Si association SiC was obtained. Thus, honeycomb segments were unified using the jointing material for corrugated fibreboard which contains the segment of the formed honeycomb filter for an inorganic fiber, an inorganic particle, an inorganic binder, etc., and the 144mm(5.66 inches) x 152mm (6 inches) cellular structure object for DPF was produced.

[0053] (Examples 1-7 and examples 1-5 of a comparison)

As starch is mixed as ostomy material in aluminosilicate fiber, silicon carbide with a pitch diameter of 5 micrometers, and the 40 % of the weight water solution of silica sols and it is shown in Table 1 with the presentation shown in Table 1 In the example 1, water and dimethyl formamide were added in water, examples 2-7, and the examples 1-5 of a comparison, kneading was performed for 30 minutes using the mixer, and coating materials 1-7 (examples 1-7) and coating materials 8-12 (examples 1-5 of a comparison) were obtained. After the shaft orientations of aluminosilicate fiber and the average of path lay length took in the photograph with the optical microscope, they found the die length of a major axis and a minor axis by the image processing, and made it the average of shaft orientations and path lay length, respectively. It asked for the surface tension of a solvent by the capillary tube method. Viscosity was adjusted in the amount of solvents so that it might be set to 300P in 25 degrees C. the amount of the water contained in coating materials 1-12 in examples 1-7 and the examples 1-5 of a comparison since a silica sol water solution contains water -- the total -- it was shown as amount of water.

[0054]

[Table 1]

		アルミノシリケート繊維			炭化珪素 [重量%]	シリカゾル [重量%]	顔料 [重量%]	水 [重量%]	ジメチル フオルム アミド [重量%]	総重量 [重量%]	溶媒の 表面張力 [dyn/cm]
		添加量 [重量%]	平均径 [μm]	平均長 [μm]							
実施例	1	コーティング材 1	31	6	50	37	20	—	12	24.0	72
	2	コーティング材 2	31	6	50	37	20	—	10	22.0	60
	3	コーティング材 3	30	6	50	35	19	3	11	22.4	60
	4	コーティング材 4	32	2	20	38	20	—	8	20.0	58
	5	コーティング材 5	30	2	90	36	18	—	14	24.8	62
	6	コーティング材 6	32	15	50	38	20	—	8	20.0	58
	7	コーティング材 7	31	15	90	36	19	—	12	23.4	61
比較例	1	コーティング材 8	31	6	8	36	21	3	7	19.6	58
	2	コーティング材 9	21	6	1000	25	13	3	36	43.8	68
	3	コーティング材 10	28	0.5	50	32	17	3	18	28.2	63
	4	コーティング材 11	29	40	100	33	18	3	15	25.8	62
	5	コーティング材 12	46	2	90	10	17	—	25	35.2	65

[0055] (Examples 8-14)

The coating materials 1-7 (examples 1-7) of the presentation shown in Table 1 were applied to the peripheral face of the cellular structure object for DPF mentioned above by 1.0mm in thickness, the situation of the front face of the outer wall of the acquired

honeycomb structure object (examples 8-14) was observed after desiccation, and the existence of a crack was checked. Desiccation of a coating material followed each examples 8-14 in 2 conditions with 5 hours at 200 degrees C with air-drying 48 hours. An observation result is shown in Table 2.

[0056]

[Table 2]

			自然乾燥後の 表面観察結果	200℃乾燥後の 表面観察結果
実 施 例	8	コーティング材 1	クラック無し	数ヶ所マイクロクラック有り
	9	コーティング材 2	クラック無し	クラック無し
	10	コーティング材 3	クラック無し	クラック無し
	11	コーティング材 4	クラック無し	クラック無し
	12	コーティング材 5	クラック無し	クラック無し
	13	コーティング材 6	クラック無し	クラック無し
	14	コーティング材 7	クラック無し	クラック無し
比 較 例	6	コーティング材 8	クラック無し	全面クラック有り
	7	コーティング材 9	クラック無し	全面クラック有り
	8	コーティング材 10	クラック無し	全面クラック有り
	9	コーティング材 11	コーティング不可	
	10	コーティング材 12	クラック無し	全面クラック有り

[0057] (Examples 6-10 of a comparison)

The coating materials 8-12 (examples 1-5 of a comparison) of the presentation shown in Table 1 were applied to the peripheral face of the cellular structure object for DPF mentioned above by 1.0mm in thickness, the situation of the front face of the outer wall of the acquired honeycomb structure object (examples 6-10 of a comparison) was observed after desiccation, and the existence of a crack was checked. Desiccation of a coating material followed each examples 6-10 of a comparison in 2 conditions with 5 hours at 200 degrees C with air-drying 48 hours. An observation result is shown in Table 2.

[0058] As shown in Table 2, moreover the crack was not checked on the front face of a honeycomb structure object, although several micro cracks were checked by the surface observation result after 200-degree-C desiccation in the example 8, in examples 9-14, it was what is not the problem as a filter using the honeycomb structure object of an example 8.

[0059] Moreover, it was what it reaches, and a crack is checked all over the outer wall of a honeycomb structure object by the surface observation result after 200-degree-C desiccation in 10, and cannot be used as a filter example of comparison 6-8. Moreover, a coating material was not able to be applied to the cellular structure object in the example 9 of a comparison. This shows that the honeycomb structure object of this examples 8-14 is clearly excellent in endurance.

[0060] (An example 15 and example 11 of a comparison)

Next, the situation of the front face of an outer wall with the example 11 of a comparison which processed the honeycomb structure object which seasoned naturally the honeycomb structure object dried at 200 degrees C in the example 10 in the example 15 immersed in the sulfuric-acid water solution 10 70-degree C% for 24 hours and the example 7 of a comparison like the example 15 was observed. An observation result is shown in Table 3.

[0061]

[Table 3]

	乾燥条件	浸漬後の表面観察結果
実施例 15	200℃にて5時間	変化無し
比較例 11	自然乾燥にて48時間	一部外壁が剥離

[0062] Although change was not seen for the honeycomb structure object of an example 15 on the surface of the outer wall, as for a part of honeycomb structure object of the example 11 of a comparison, the outer wall has exfoliated. It turns out that the outer wall of the honeycomb structure object which dried the honeycomb structure object which applied the coating material at the elevated temperature is excellent in chemistry endurance so that this result may show.

[0063]

[Effect of the Invention] As explained above, by this invention, by applying to the honeycomb structure object used for the particle uptake filter in exhaust gas, such as an internal combustion engine and a boiler, etc., and carrying out elevated-temperature desiccation, the coating material of the first invention can raise thermal resistance and chemistry endurance, and can prevent generating of defects, such as a crack. Although the coating material of the first invention is faced forming the outer wall of a honeycomb structure object as mentioned above, and it can be used especially effectively, this coating material is not used only for forming the outer wall of a honeycomb structure object, and can raise the thermal resistance of that matter, and chemistry endurance by applying to the front face of the matter used under the situation of being accompanied by the temperature change, and drying.

[0064] Moreover, according to the manufacture approach of the honeycomb structure object of the second invention, and the honeycomb structure object the third invention, the honeycomb structure object whose mechanical strength to thermal stress improved can be acquired.

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the perspective view showing the gestalt of operation of one of the honeycomb structure object of this invention (second invention).

[Drawing 2] the explanatory view showing the case where the honeycomb structure object of the gestalt of this operation is used as DPF -- it is -- (a) -- the perspective view of a honeycomb structure object, and (b) -- a part of end face of a honeycomb structure object -- it is an expansion top view.

[Drawing 3] It is the perspective view showing the gestalt of other operations of the honeycomb structure object of this invention (second invention).

[Drawing 4] It is the perspective view showing the honeycomb segment used for the gestalt of other operations of the honeycomb structure object of this invention (second invention).

[Drawing 5] It is the explanatory view showing the gestalt of implementation of one of the manufacture approach of the honeycomb structure object of this invention (third invention), and the perspective view in which (a) shows a cellular structure object, and (b) are honeycomb structure **** perspective views.

[Drawing 6] the explanatory view showing the conventional honeycomb structure object -- it is -- (a) -- the perspective view of a honeycomb structure object, and (b) -- a part of end face of a honeycomb structure object -- it is an expansion top view.

[Description of Notations]

1 [-- A septum, 5 / -- An outer wall, 6 / -- A honeycomb segment, 7 / -- 8 A jointing material for corrugated fibreboard, 9 / -- An end face, 21 / -- A honeycomb structure object, 23 / -- A cel, 24 / -- A septum, 25 / -- An incurrent pore side edge side, 26 / -- Outflow hole side edge side.] -- A honeycomb structure object, 2 -- A cellular structure object, 3, 3a, 3b -- A cel, 4

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the perspective view showing the gestalt of operation of one of the honeycomb structure object of this invention (second invention).

[Drawing 2] the explanatory view showing the case where the honeycomb structure object of the gestalt of this operation is used as DPF -- it is -- (a) -- the perspective view of a honeycomb structure object, and (b) -- a part of end face of a honeycomb structure object -- it is an expansion top view.

[Drawing 3] It is the perspective view showing the gestalt of other operations of the honeycomb structure object of this invention (second invention).

[Drawing 4] It is the perspective view showing the honeycomb segment used for the gestalt of other operations of the honeycomb structure object of this invention (second invention).

[Drawing 5] It is the explanatory view showing the gestalt of implementation of one of the manufacture approach of the honeycomb structure object of this invention (third invention), and the perspective view in which (a) shows a cellular structure object, and (b) are honeycomb structure **** perspective views.

[Drawing 6] the explanatory view showing the conventional honeycomb structure object -- it is -- (a) -- the perspective view of a honeycomb structure object, and (b) -- a part of end face of a honeycomb structure object -- it is an expansion top view.

[Description of Notations]

1 [-- A septum, 5 / -- An outer wall, 6 / -- A honeycomb segment, 7 / -- 8 A jointing material for corrugated fibreboard, 9 / -- An end face, 21 / -- A honeycomb structure object, 23 / -- A cel, 24 / -- A septum, 25 / -- An incurrent pore side edge side, 26 / -- Outflow hole side edge side.] -- A honeycomb structure object, 2 -- A cellular structure object, 3, 3a, 3b -- A cel, 4

[Translation done.]

*** NOTICES ***

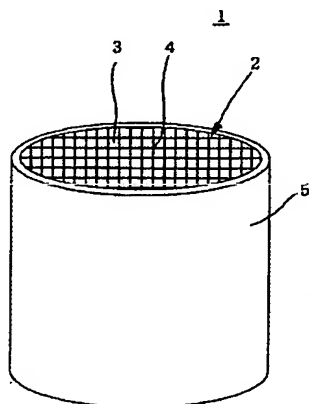
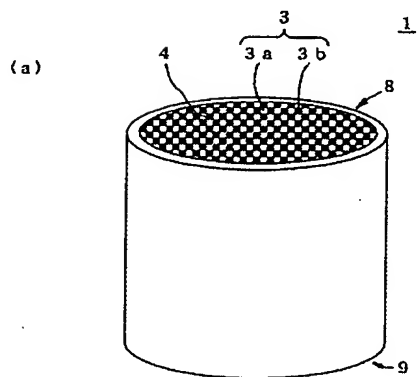
JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

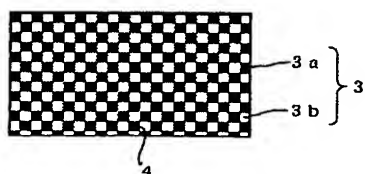
2. **** shows the word which can not be translated.

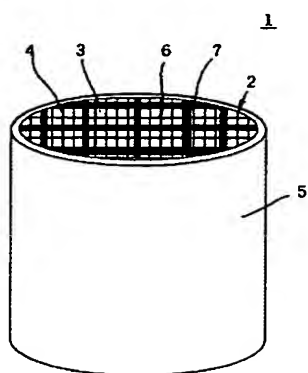
3. In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

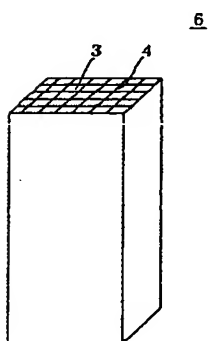
[Drawing 1][Drawing 2]

(b)

[Drawing 3]

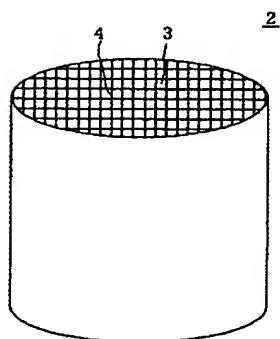


[Drawing 4]

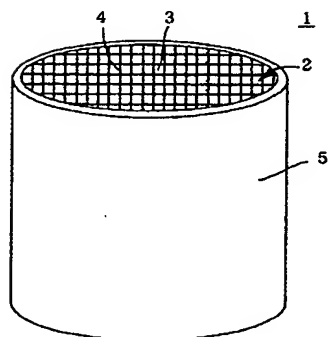


[Drawing 5]

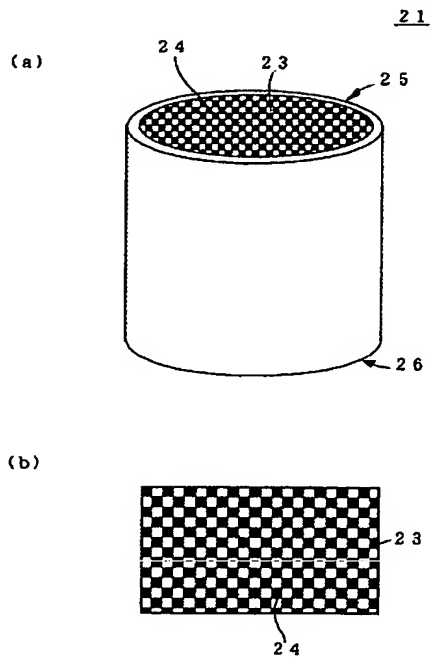
(a)



(b)



[Drawing 6]



[Translation done.]

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.